

З табл. 2 та 3 видно, що результати визначення йоду та йодиду до бутильованих вод колориметричним та ТСФ методами добре узгоджуються між собою.

Висновки. Застосування колориметра-рефлектометра, забезпечує значно більшу точність аналізу порівняно з візуальним його варіантом та у випадку визначення йоду не поступається методу ТСФ з використанням спектрофотометрів стаціонарних лабораторій. Портативний колориметр завдяки своїй чутливості і точності перспективний і зручний для використання *in situ* (на місці відбору проб). Також він може бути корисним для архівування кольорових зображень з метою їх обробки в будь-який зручний для цього момент часу. Відносна дешевизна і доступність колориметричних порта-

тивних засобів, що не вимагає висококваліфікованого персоналу, дає можливість виконувати визначення йоду з досить високою чутливістю на рівні кількох мкг/дм³.

Список використаних джерел

1. Ivanov V.M., Monogorova O.V., Oskolok K.V. J. Anal. Chem., 2015, 70(10), 1165–1178.
2. Khimchenko S.V., Eksperiandova L.P. Color Measurements in Instrumental and Visual Test Analysis. Lambert Academic Publishing, 2014, 220 p. (In Russian)
3. Ivanov V.M., Kuznetsova O. V. Russ. Chem. Rev., 2001, 70(5), 357–374.
4. Apyari V.V., Dmitrienko S.G. J. Anal. Chem., 2008, 63(6), 530–537.
5. Trokhimenko A. Yu., Zaporozhets O. A. J. Anal. Chem., 2014, 69(5), 408–412.

Надійшла до редколегії 10.07.16

А. Трохименко, канд. хім. наук,
annatrohimenko@ukr.net,
О. Запорожец, д-р хім. наук
КНУ імені Тараса Шевченка, Київ

ДЕТЕКТИРОВАНИЕ КОНЦЕНТРАТА МОЛЕКУЛЯРНОГО ИОДА НА ПЕНОПОЛИУРЕТАНЕ ПОРТАТИВНЫМ КОЛОРИМЕТРОМ

Оценены метрологические характеристики портативного колориметра COLORIMETER C1001 отечественного производства при детектировании аналитического сигнала экстрагированного на пенополиуретане молекулярного йода по сравнению с методами цветной тест-шкалы и твердофазной спектрофотометрии.

Ключевые слова: йод, йодид, пенополиуретан, портативный фотометр, твердофазная спектрофотометрия, колориметрия.

A. Trohimenko, PhD, annatrohimenko@ukr.net,
O. Zaporozhets, Dr. Sci.,
Taras Shevchenko National University of Kyiv, Kyiv

CONCENTRATE OF MOLECULAR IODINE DETECTION WITH PORTABLE COLORIMETER ON POLYURETHANE FOAM

The possibility to use the portable photometer for registering color characteristics of the polyurethane foam (PUF) was studied. For the system I₂-PUF was plotted calibration curve: dependence of the intensity of the B color channel from the amount of iodine in the sample. Construction of calibration dependences was performed in the following way. In syringes was taken from 0,25 to 10,0 cm³ of a standard solution of iodine with a concentration of 1,2 mg/dm³ (pH~2) and sulfate acid (pH~2) to a total volume of 10,0 cm³, stirred, removed the iodine on surface of PUF, and recorded the analytical signal at 370 nm with two method relative to pure tablets sorbent. To build a calibration curve with iodide carried out a preliminary oxidation of iodide to I₂ using oxone. The dependence of the analytical signal of iodine on the surface of the sorbent using a portable photometer described by the equation $y=1,32+0,92 \cdot 10^{-4} \cdot c(I_2)$, $R^2=0,998$, where y – the analytical signal B-channel. The results for iodine PUF and colorimetric methods solid-phase spectrophotometry almost the same. Range of linearity calibration curve is wider in the case of colorimetric detection. The results of determination supplementation of I₂ and I to bottled drinking water using a portable photometer. Established that confidence interval changes from the maximum value for $\pm 9,7\%$ $c(I_2)=0,1$ mg/dm³ to a minimum for $\pm 6,0\%$ $c(I_2)=1,0$ mg/dm³ ($n=5$, $P=0,95$). Portable colorimeter due to its sensitivity and accuracy promising and convenient for use in situ (at sampling site).

Keywords: iodine, iodide, polyurethane foam, portable photometer, solid-phase spectrophotometry.

УДК 543.5+546.15

О. Трохименко, канд. хім. наук
trohimenko@univ.kiev.ua;
В. Сухан, д-р хім. наук
КНУ імені Тараса Шевченка, Київ

ФОТОМЕТРИЧНЕ ОКИСНО-ВІДНОВНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ЙОДАТУ В СТОЛОВОЇ СОЛІ З ВИКОРИСТАННЯМ ЙОДИДУ І БАРВНИКА МЕТИЛЕНОВОГО СИНЬОГО

Розроблено фотометричну методику визначення йодату в столовій солі з використанням ампліфікаційного відновлення йодату йодидом до молекулярного йоду у середовищі ортофосфатної кислоти та наступного окиснення йодом барвника метиленового синього.

Ключові слова: йодат, йодид, метиленовий синій, фотометрія, столова сіль.

Вступ. Йод є важливим мікроелементом в дієті людини. Добова норма споживання йоду, згідно з рекомендаціями ВОЗ, становить 100 мкг для дитини і 150 мкг для дорослої людини. Накопичувачем йоду є щитоподібна залоза, у якій синтезуються йодвмісні гормони. Відомі захворювання, пов'язані як з йододефіцитом, так і з надмірним споживанням йоду. Природними джерелами йоду для організму людини є продукти харчування, насамперед такі доступні, як молоко і морські водорості. За деякими даними в Україні частина населення потерпає від йододефіциту. Для запобігання ендемічному зобу ВОЗ рекомендує додавати 10 мг цього елемента на 1 кг столової солі. В Україні рівень йодування становить 40 мг йоду на кг солі або в перерахунку на йодат(V) калію 67 мг/кг і є законодавчо обов'язковим. Для

порівняння: у США рівень йодування становить 100, у Німеччині 25, а у Швейцарії – лише 5 мг йоду на 1 кг солі. У Канаді і США для йодування використовують йодид калію, в Україні, як і у більшості інших країн, особливо з жарким і вологим кліматом, – йодат(V) калію. Зазначимо, що наразі на ринку України наявна столова сіль з вмістом йоду <40 мг/кг йоду у формі як йодату, так і йодиду. Організмом людини йод засвоюється лише у формі йодиду. Отже, у процесі приготування їжі або в кишковому тракті окисник йодат мусить відновитися саме до йодиду, а не до проміжної форми I₂, руйнуючи при цьому еквівалентну кількість відновників, у тому числі й вітамінів (аскорбінова кислота). Крім того, у літературі є дані про токсичність оксогалогенатів.

Для визначення йоду в столовій солі і високомінералізованих водах відомі різні аналітичні методики [1–3]. З новітніх розробок можна відмітити кінетичні, фотометричні, флуоресцентні методики, а також методики із застосуванням таких методів, як ВЕРХ з амперметричним детектуванням, капілярний ізотахофорез, ГХ-МС, потенціометрія, нейтронноактиваційний. Іонну хроматографію в поєднанні з ІЗП-МС використано для одночасного визначення йодату і йодиду в морських водах. Застосування деяких із згаданих аналітичних методик для визначення йодату в столовій солі ускладнюється присутністю значного надлишку хлориду, наприклад, у разі іонообмінної хроматографії з кондуктометричним детектуванням необхідне попереднє видалення надлишку хлориду з матриці зразка. Отже, розробка методик, які є селективними на йодат, чутливими і водночас потребують простого та недорогого експериментального обладнання має значний практичний і науковий інтерес.

Мета роботи – розробити фотометричну методику визначення йодату в столовій солі з використанням ампліфікаційного відновлення йодату йодидом до молекулярного йоду у середовищі ортофосфатної кислоти та наступного окиснення йодом барвника метиленового синього (МС).

Методи та об'єкти дослідження. Реагенти та розчини з них. Усі реагенти, зокрема NaCl, KIO₃, KI, Na₂S₂O₃, ортофосфорна кислота були кваліфікації х. ч. чи ч. д. а., крохмаль – водорозчинний, барвник МС – виробництва Merck (Німеччина). У роботі використано також зразки комерційної столової солі низки виробників. Стандартні та робочі розчини реагентів готували на дистильованій воді за загальноприйнятими методиками. Крім того в роботі використано *фоновий розчин хлориду натрію* (розчиняли 10,0000 г NaCl у воді і розбавляли до 100,0 см³).

Апаратура. Оптичну густину розчинів вимірювали на спектрофотометрі СФ-26, електронні спектри реєстрували на спектрофотометрі Specord UV Vis в кюветках з товщиною світлопоглинаючого шару 10 мм.

Пробопідготовка зразків для визначення йодату. Загалом було проаналізовано 8 комерційних зразків йодованої столової солі (торгівельна мережа Києва). Після розпакування зразки негайно переносили в цупкі поліетиленові пакети, стискували їх від надлишку повітря, герметично закривали і зберігали в прохолодному сухому місці. Необхідні наважки зразків розчиняли в певному об'ємі дистильованої води.

Оптимізація концентраційних умов перебігу редокс-реакції. Впродовж цих експериментів кількість йоду у досліджуваних розчинах було зафіксовано сталою. Оптимізовано різні параметри, пов'язані з перебігом досліджуваних реакцій, а саме: кількість МС, KI, концентрацію і природу кислоти. Оптичну густину розчинів вимірювали через кожні 30 с впродовж 30 хв.

Визначення вмісту йодату. Аліквотну частину розчину столової солі переносили в колбу ємністю 10,0 см³ і додавали необхідну кількість розчинів йодиду, мінеральної кислоти і МС певної концентрації. Перемішували, розбавляли водою до 10,0 см³ і через оптимальний час вимірювали оптичну густину одержаного розчину відносно води. Одержане значення оптичної густини віднімали від значення оптичної густини розчину порівняння (усі компоненти, як при визначенні йодату, але замість аліквотної частини досліджуваного розчину столової солі використано відповідну кількість фонового розчину NaCl). Оптичну густину розчину порівняння вимірювали відносно води.

Встановлення заважаючого впливу супутніх компонентів. Аліквотну частину фонового розчину NaCl переносили в колбу ємністю 10,0 см³, додавали 1,0 см³ водного розчину, що містив 4,0 мкг йоду у складі йодату

та 1,0 см³ розчину досліджуваного супутнього компонента необхідної концентрації. Далі додавали реагенти і діяли, як при визначенні йодату.

Результати та їх обговорення. При визначенні вмісту йодату в столовій солі передбачається додавання до водного розчину солі надлишку йодиду в сульфатнокислому середовищі ($\text{IO}_3^- + 5\text{I}^- \rightarrow 3\text{I}_2 + \text{H}_2\text{O}$) та наступне титриметричне йодометричне ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) [4, 5] чи фотометричне (йод-крохмальний комплекс) [6] визначення утвореного йоду. Реакція є ампліфікаційною (з одного моля йодату утворюється три моля йоду). Згадані стандартні методики є експресними і простими у виконанні, що мають, однак, певні недоліки. Насамперед це незадовільна точність завдяки втратам йоду внаслідок його леткості з водних розчинів. Це обмеження можна подолати зв'язуванням йоду в момент його виділення твердофазною сорбцією [7] або його хімічним перетворенням у сполуку з прийнятним аналітичним сигналом [2]. Крім того, наявність у комерційному продукті феруму(III) (залежно від ґатунку продукту від 0,005 до 0,040 мас. % у перерахунку на Fe₂O₃ [4]) та додавання до нього, як антизлежувача, триводного гексаціаноферату(II) калію (до 0,001 мас. % [5]) в умовах визначення викликає редокс реакцію між йодидом і ферумом(III), що може призвести до помилкових результатів аналізу.

У даній роботі йод, що виділявся в результаті перебігу йодат-йодидної реакції, реагував з барвником МС. МС є відомим хромогенним реагентом [8]. Водний розчин лейкоформи цього барвника є безбарвним. При окисненні лейкоформи утворюється система супротивних подвійних зв'язків і МС у водному розчині характеризується кількома смугами поглинання з найбільшим ϵ при $\lambda_{\text{max}}=655$ нм. Йод, як окисник, підвищує електронодефіцитність молекули барвника і світлопоглинання його розчинів у видимій частині спектру зі збільшенням концентрації йоду відповідно зменшується. Використання МС, як барвника, має таку перевагу, як швидкий перебіг реакції знебарвлення, що забезпечує повне зв'язування йоду, що утворюється, запобігаючи цим його втрати з водних розчинів внаслідок леткості.

Оптимізація умов перебігу редокс-реакції. Концентрацію МС впродовж експериментів підтримували сталою ($8,4 \cdot 10^{-6}$ М). За такої концентрації барвника при відсутності йодату (редокс-реакції не перебігають) оптична густина його розчину має значення 0,80 ($l=1$ см). При поступовому збільшенні вмісту йодату, а отже перебігу редокс-реакцій, та виділенням зростаючої кількості йоду, оптична густина розчинів МС зменшується (рис. 1). Оптимізовано умови перебігу редокс-реакцій за концентрацією кислоти і йодиду. При сталій концентрації йодату і надлишку йодиду найменше значення оптичної густини розчинів, а отже найповніший перебіг редокс-реакцій, спостерігали у середовищі 0,1 М ортофосфатної кислоти. Природа аніону мінеральної кислоти при підкисненні йодат(V)-йодидної суміші практично не впливає на світлопоглинання трийодидного комплексу. Перевагою використання ортофосфатної кислоти порівняно з іншими мінеральними кислотами у даному разі є те, що ортофосфат-іон здатен до комплексоутворення з Fe(III), а отже до його маскуванню і запобігання окиснення катіоном цього металу йодиду до йоду. Знайдено, що введення йодиду калію до його концентрації $1 \cdot 10^{-2}$ М було достатньо для кількісного перетворення йодату в йод і наступного часткового окиснення утвореним йодом МС (рис. 2). При вивченні впливу часу на поглинання барвника усі концентраційні умови зберігали сталими, а світлопоглинання реєстрували через кожні 30 с в інтервалі часу від 30 с до 30 хв. Знайдено, що час, необхідний для завершення реакції, становить 180 с, після чого оптична густина розчинів залишається

сталою. Отже, подальші експерименти виконано при $c(\text{MC}) 8,4 \cdot 10^{-6} \text{ M}$, $c(\text{KI}) 1,0 \cdot 10^{-2} \text{ M}$, $c(\text{H}_3\text{PO}_4) 0,1 \text{ M}$ та тривалості витримування розчинів перед вимірюванням їхньої оптичної густини 3 хв.

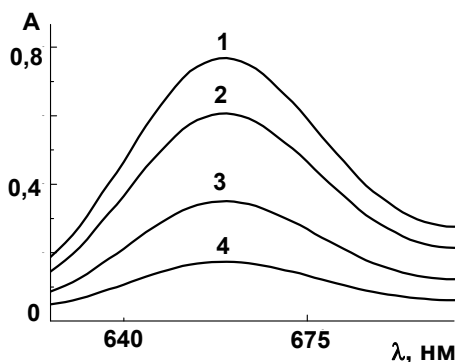


Рис. 1. Електронні спектри поглинання МС
 $c, \text{ M: MC} - 8,4 \cdot 10^{-6}; \text{KI} - 1,0 \cdot 10^{-2}; \text{H}_3\text{PO}_4 - 0,1. c(\text{IO}_3^-) \cdot 10^{-6}, \text{ M:}$
 1 – 0; 2 – 1,77; 3 – 4,72; 4 – 6,51

Побудова градуовального графіка. До шести мірних колб (градуовальних пробірок) на $10,0 \text{ cm}^3$ вносять 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 cm^3 розчину йодату з концентрацією 1,0 мкг I/cm^3 . Далі у кожен колбу додають 1,0 cm^3 фоновому розчину NaCl і по 1,0 cm^3 0,1 М розчину йодиду калію, 1,0 М ортофосфатної кислоти і $8,4 \cdot 10^{-6} \text{ M}$ МС. Вміст колб перемішують і за 3 хв. вимірюють оптичну густину одержаних розчинів при 655 нм відносно води.

Розчин порівняння. У мірну колбу (градуовальну пробірку) на $10,0 \text{ cm}^3$ вносять по 1,0 cm^3 фоновому розчину NaCl , 0,1 М розчину йодиду калію, 1,0 М ортофосфатної кислоти, $8,4 \cdot 10^{-6} \text{ M}$ МС і воду до загального об'єму $10,0 \text{ cm}^3$. Вміст колби перемішують і за 3 хв. вимірюють оптичну густину (A_0) одержаного розчину при 655 нм відносно води.

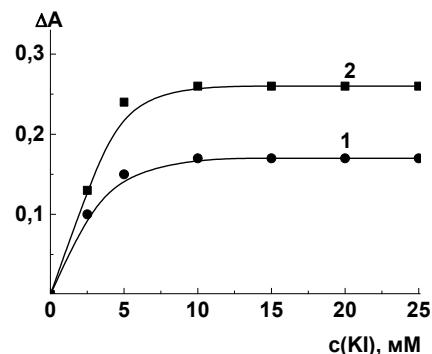


Рис. 2. Залежність аналітичного сигналу ($\Delta A = A_0 - A_x$) від концентрації йодиду калію
 $c, \text{ M: MC} - 8,4 \cdot 10^{-6}; \text{H}_3\text{PO}_4 - 0,1$
 $\text{мкг I у формі йодату} - 2,30 (1), 3,39 (2)$

За аналітичний сигнал ΔA при побудові градуовального графіка приймали різницю між значенням оптичної густини розчину порівняння A_0 і відповідного розчину градуовального графіка A_x . У даному разі $\Delta A = A_0 - A_x = 0,80 - A_x$ при 655 нм, де 0,80 – значення оптичної густини розчину порівняння. За цих умов градуовальний графік має висхідний характер.

Градуовальний графік описується рівнянням $\Delta A = 0,075 \cdot c, \text{ мкг I в } 10 \text{ cm}^3$. Лінійність градуовального графіка зберігається до вмісту йоду у формі йодату 7 мкг при загальному об'ємі розчину $10,0 \text{ cm}^3$.

Вплив сторонніх компонентів на визначення йодату. Досліджено вплив низки аніонів ($\text{Cl}^-, \text{SO}_4^{2-}, \text{NO}_3^-, \text{Br}^-, \text{PO}_4^{3-}, \text{HCO}_3^-, \text{C}_2\text{O}_4^{2-}, \text{VO}_3^-$) на визначення йоду у складі йодату у водних розчинах. Дослідження впливу сторонніх компонентів на результати визначення йодату здійснювали, як описано в методиці експерименту та при побудові градуовального графіка, однак при сталому вмісті йоду. Надлишок хлорид-іонів не заважає перебігу редокс реакцій, оскільки хлорид не окиснює йодид до йоду, хоча частково зв'язує йод у нестійкий комплекс складу ClI_2^- . Похибка визначення йоду не перевищувала $\pm 5\%$ у присутності масових співвідношень $[\text{A}]/[\text{IO}_3^-]$, наведених у табл. 1, де $[\text{A}]$ – доданий аніон.

Таблиця 1

Вплив деяких аніонів на визначення 4,0 мкг йоду у формі йодату

Аніон	Масове співвідношення $\leq [\text{A}]/[\text{IO}_3^-]$	Аніон	Масове співвідношення $\leq [\text{A}]/[\text{IO}_3^-]$
Cl^-	400	HPO_4^{2-}	100
NO_3^-	100	HCO_3^-	5
SO_4^{2-}	100	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	25
Br^-	50	BrO_3^-	5

Визначення йодату в зразках столової солі. У мірну колбу (градуовальну пробірку) на $10,0 \text{ cm}^3$ вносять 1,0 cm^3 розчину столової солі, що містить 1–6 мкг йоду у вигляді йодату. Далі у кожен колбу додають по 1,0 cm^3 0,1 М розчину йодиду калію, 1,0 М ортофосфатної кислоти і $8,4 \cdot 10^{-6} \text{ M}$ МС. Вміст колб перемішують і за 3 хв. вимірюють оптичну густину (A_x) одержаних розчинів при 655 нм відносно води. За аналітичний сигнал при визначенні йодату (ΔA) приймали різницю між значенням оптичної густини розчину порівняння ($A_0 = 0,80$) і досліджуваного розчину (A_x). Вміст йоду в зразках столової солі розраховують за градуовальним графіком.

Кілька зразків столової солі різних торгових марок було проаналізовано на вміст йоду за описаною методикою визначення йодату. У проаналізованих зразках вміст йоду у формі йодату знаходився в інтервалі від 10 до 40 мкг/г і практично співпадав із вмістом, заявленим виробником (табл. 2). У табл. 2 наведено також вміст йоду у зразках, знайдений за стандартною йодометричною титриметричною методикою [6]. Видно, що результати, одержані двома незалежними методами, задовільно узгоджуються між собою. Розроблена методика є точнішою та потребує в 50 разів меншої наважки проби для аналізу порівняно зі стандартною методикою.

Таблиця 2

Результати визначення йоду в зразках столової солі (n=3)

Зразок	Вміст за розробленою методикою, мкг I/г	Знайдено за [6], мкг I/г	Зразок	Вміст за розробленою методикою, мкг I/г	Знайдено за [6], мкг I/г
1	$40,50 \pm 3,00$	$40,5 \pm 0,2$	5	$20,54 \pm 0,99$	$20,3 \pm 0,2$
2	$39,51 \pm 2,34$	$39,5 \pm 0,2$	6	$10,55 \pm 0,66$	$10,5 \pm 0,2$
3	$30,44 \pm 1,95$	$30,4 \pm 0,1$	7	$10,59 \pm 0,69$	$10,5 \pm 0,2$
4	$20,53 \pm 1,28$	$20,3 \pm 0,1$	8	$6,05 \pm 0,69$	$6,0 \pm 0,1$

Отже, при різноманітному раціоні харчування споживання людиною 2–3 г столової солі на добу з вмістом йоду 20-30 мкг/г є прийнятним. Споживання за добу понад 5 г столової солі з вмістом йоду 40 мкг/г є надмірним за йодом.

Висновки. Розроблено просту і швидко методику визначення йодату у водних розчинах столової солі, що ґрунтується на перебігу попередньої окисно-відновної ампліфікаційної реакції між йодатом і йодидом та наступної реакції між барвником МС і йодом, що виділився. Перебіг йодат-йодидної реакції у середовищі ортофосфатної кислоти запобігає перебігу реакції між йодидом і наявним у складі столової солі ферумом(III) внаслідок маскування останнього фосфат-іонами. Оптимальними концентраційними умовами перебігу реакцій є: $c(\text{MC}) 8,4 \cdot 10^{-6} \text{ M}$, $c(\text{KI}) 1,0 \cdot 10^{-2} \text{ M}$, $c(\text{H}_3\text{PO}_4) 0,1 \text{ M}$ та час витримування розчинів перед вимірюванням їхньої оптичної густини 3 хв. Методику використано для визначення 1-4 мкг йоду у формі йодату в об'ємі 10,0 см³. Вміст йоду у формі йодату у зразках, що проаналізовано, становив 6–40 мкг/г. Результати, одержані за розробленою методикою, задовільно співпадають з ре-

зультатами, одержаними за стандартною титриметричною методикою.

Список використаних джерел

1. Shelor C. P., Dasgupta P. K. Anal. Chim. Acta, 2011, 702, 16–36.
2. Moreda-Pineiro A., Romaris-Hortas V., Bermejo-Barrera P. J. Anal. At. Spectrom., 2011, 26, 2107–2152.
3. Трохименко О. М. Укр. хим. журнал, 2013, 79(2), 108–113.
4. Трохименко О. М. Ukrainkii himicheskii zhurnal, 2013, 79(2), 108–113.
5. ГОСТ 13685-84 Соль поваренная пищевая. Методы испытаний. М. Госстандарт, 1985, 29 с.
6. ГОСТ 13685-84 Sol' povarennaja pishhevaja. Metody ispytaniy. Moscow, Gosstandart, 1985, 29 p.
7. ДСТУ 3583-97 (ГОСТ 13830-97). Соль поваренная пищевая. Общие технические условия. К., Держстандарт України, 2000 р., 44 с.
8. ДСТУ 3583-97 (HOST 13830-97). Sol' povarennaja pishhevaja. Obshhie tehnicheckie uslovija. Kyiv, Derzhstandart Ukrainy, 2000 г., 44 с.
9. ДСТУ 4886.9:2007. Національний стандарт України. Сіль кухонна. Визначення вмісту йоду. К., Держстандарт України, 2009 р. С. 63–67.
10. ДСТУ 4886.9:2007. Natsional'nyj standart Ukrainy. Sil' kukhonna. Vyznachennia vmistu jodu. Kyiv, Derzhstandart Ukrainy, 2009, P. 63–67.
11. Трохименко А. Ю., Zaporozhets O. A. J. Anal. Chem., 2014, 69(5), 408–412.
12. Хольцбехер З., Дивих Л., Крал М., Шука Л., Влачил Ф. Органические реагенты в неорганическом анализе. М.: Мир, 1979. 752 с.
13. Kholtsbekher Z., Dvysh L., Kral M., Shukha L., Vlacyl F. Organic reagents in inorganic analysis. Moscow, Mir, 1979. 752 p.

Надійшла до редколегії 17.06.16

О. Трохименко, канд. хим. наук
trohimenko@univ.kiev.ua
В. Сухан, д-р хим. наук,
КНУ имени Тараса Шевченко, Киев

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОДАТА В СТОЛОВОЙ СОЛИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИОДИДА И КРАСИТЕЛЯ МЕТИЛЕНОВОГО СИНЕГО

Разработано фотометрическую методику определения иодата в столовой соли с использованием амплификационного восстановления иодата йодидом до молекулярного иода и последующего окисления иодом красителя метиленового синего.

Ключевые слова: иодат, йодид, метиленовый синий, фотометрия, столовая соль.

О. Trohimenko, PhD
trohimenko@univ.kiev.ua,
V. Sukhan, Dr. Sci.,
Taras Shevchenko National University of Kyiv, Kyiv

PHOTOMETRIC REDOX DETERMINATION OF IODATE IN TABLE SALT SAMPLES BY USING A IODIDE AND A DYE METHYLENE BLUE

A simple and rapid method has been developed for determination of iodate in aqueous samples. The method is based on their amplification reaction with iodide in the presence of 0,1 M H₃PO₄ and following oxidation of methylene blue (MB). The nature of the anions of mineral acids has actually no effect on absorption of triiodide complexes. The advantage of using orthophosphate acid compared to other mineral acids in this case is that the orthophosphate-ion capable to complexing with Fe(III), and consequently his masking and preventing the oxidation iodide to iodine. The reaction can be monitored spectrophotometrically by measuring the decrease absorbance at 665 nm of methylene blue. The effect of interfering anions on determination of iodate in aqueous samples like Cl⁻, SO₄²⁻, NO₃⁻, Br⁻, PO₄³⁻, HCO₃⁻, C₂O₄²⁻, BrO₃⁻ was studied. The tolerance ratio [Cl⁻]/[IO₃⁻] was 400. Optimized parameters for the method are 8.4 · 10⁻⁶ M KI (1 · 10⁻² M), H₃PO₄ (0,1 M), MB (8.4 · 10⁻⁶) M.

The equation of the calibration plot calculated in the range of 1 to 7 μg iodine in a final volume of 10,0 ml is ΔA=A₀-A_x=0,75·C, μg, where A₀ – optical density in the absence of iodate, A_x – optical density in the presence of iodate.

In volumetric flask (10.0 cm³) was transferred 1.0 cm³ of a solution of table salt containing 1-6 μg of iodine in form of Iodate. Then in each flask was added 1.0 cm³ of 0.1 M solution of potassium iodide, 1.0 M orthophosphate acid and 8.4 · 10⁻⁶ M MB. The contents of the flask was mixed and after 3 min was measured the optical density (A_x) of the obtained solution at 655 nm relative to water. The iodine content in table salt samples is calculated by calibration plot.

The results obtained by the present method are in good agreement with those obtained by conventional iodometry.

Keywords: iodate, iodide, methylene blue, photometry, table salt.